МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 8558.2— 2016

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения содержания нитратов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности имени В.М. Горбатова» (ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2016 г. № 91-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 февраля 2017 г. № 50-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8558.2—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 8558.2—78

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2017

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МКС 67.120.10

Поправка к ГОСТ 8558.2—2016 Мясо и мясные продукты. Метод определения содержания нитратов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 7 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения содержания нитратов

Meat and meat products. Method of nitrates determination

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды мяса, мясных и мясосодержащих продуктов, а также рассолы и посолочные смеси, и устанавливает метод определения массовой доли нитратов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты*

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ ISO 3696—2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля**

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4025—95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 4456—75 Реактивы. Кадмий сернокислый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-2—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений*

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике**

ГОСТ 5823—78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 9792—73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (Трилон Б). Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20469—95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26272—98 Часы электронно-механические кварцевые наручные и карманные. Общие технические условия

ГОСТ 26678—85 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на восстановлении нитратов до нитрита с помощью кадмиевой колонки, фотометрическом измерении интенсивности окраски, образующейся при взаимодействии сульфаниламида и N-(1-нафтил)-этилендиамин-дигидрохлорида с нитритом, определении количества последнего и пересчете его на нитрат за вычетом нитрита, содержащегося в продукте.

4 Требования безопасности

4.1 Помещение, в котором проводится анализ, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.2 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

4.3 При подготовке и проведении анализа необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Мясорубка механическая по ГОСТ 4025, или электрическая по ГОСТ 20469 с решеткой, диаметр отверстий которой не более 4,5 мм.

Гомогенизатор.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального или высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,001 г.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры на уровне 100 °С.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со светофильтром, обеспечивающие измерение при длине волны (540 ± 2) нм, укомплектованные стеклянными кюветами с длиной рабочей грани 10 мм.

pH-метр с допускаемой погрешностью измерения ±0,05 ед. pH.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Колонка стеклянная редукционная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вата стеклянная.

Колбы мерные 1-100-2 или 2-100-2, 1-200-2 или 2-200-2, 1-250-2 или 2-250-2, 1-500-2 или 2-500-2, 1-1000-2 или 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-1-2-2 или 1-2-2-2, 1-1-2-5 или 1-2-2-5, 1-1-2-10 или 1-2-2-10, 1-1-2-25 или 1-2-2-25 по ГОСТ 29227.

Пипетки 1-2-5 или 2-2-5, 1-2-10 или 2-2-10, 1-2-20 или 2-2-20, 1-2-25 или 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-25 или 3-25, 1-50 или 3-50, 1-100 или 3-100, 1-250 или 3-250, 1-500 или 3-500 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-100 ТХС или Н-1-100 ТХС, В-1-250 ТХС или Н-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-56-80 ХС или В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Чашка ЧКЦ-1-500 или ЧКЦ-2-500, ЧКЦ-1-1000 или ЧКЦ-2-1000 по ГОСТ 25336.

Сосуд воздухонепроницаемый с крышкой.

Проволока стальная.

Кран.

Капилляр.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, х. ч.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, х. ч.

Сульфаниламид (стрептоцид белый) с содержанием основного вещества не менее 99 %.

N-(1-нафтил)-этилендиамин-дигидрохлорид с содержанием основного вещества не менее 99 %.

Кадмий сернокислый по ГОСТ 4456, х. ч.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, х. ч.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х. ч.

Цинк металлический гранулированный.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб

6.1.1 Отбор проб проводят по ГОСТ 8756.0, ГОСТ 9792.

Проба должна быть представительной, а также без повреждений и изменений качества продукта при транспортировании и хранении.

От представительной пробы отбирают пробу массой не менее 200 г.

Пробу хранят таким образом, чтобы предотвратить порчу и изменение химического состава.

6.1.2 Рассол для анализа отбирают в количестве 500 см^3.

6.1.3 Пробы посолочной смеси отбирают от 1 % упаковочных единиц (но не менее чем от трех упаковочных единиц) общей массой не менее 500 г.

6.2 Подготовка проб

Пробы освобождают от оболочки и поверхностного слоя шпика, а затем измельчают на гомогенизаторе или дважды пропускают через мясорубку, и тщательно перемешивают. При этом температура пробы должна быть не более 25 °С.

Пробы паштетов, студней и зельцев измельчают на мясорубке один раз и тщательно перемешивают.

Часть подготовленной пробы помещают в воздухонепроницаемый сосуд, закрывают крышкой и хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 5 сут.

Анализ проводят в течение 24 ч после измельчения. Анализ сырых продуктов проводят сразу после измельчения.

7 Подготовка к анализу

7.1 Приготовление растворов

7.1.1 Приготовление растворов для осаждения белков

7.1.1.1 Приготовление реактива Карреза 1

106 г железистосинеродистого калия растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Реактив хранят в склянке из темного стекла не более 1 мес.

7.1.1.2 Приготовление реактива Карреза 2

220 г уксуснокислого цинка и 30 см^3 ледяной уксусной кислоты растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Реактив хранят не более 1 мес.

7.1.1.3 Приготовление насыщенного раствора буры

210 г тетраборнокислого натрия растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды температурой (55 ± 2) °С и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

7.1.2 Приготовление соляной кислоты, разбавленной 1:1 (по объему)

Смешивают один объем соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 г/см^3) с одним объемом дистиллированной воды.

7.1.3 Приготовление растворов для проведения цветной реакции

7.1.3.1 Приготовление раствора 1

2 г сульфаниламида растворяют в 400 см^3 разбавленной соляной кислоты (1:1), количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем до метки разбавленной соляной кислотой и перемешивают.

7.1.3.2 Приготовление раствора 2

0,25 г N-(1-нафтил)-этилендиамин-дигидрохлорида растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в склянке из темного стекла в холодильнике не более 1 мес.

7.1.4 Приготовление раствора сернокислого кадмия массовой концентрации 37 г/дм^3

37 г сернокислого кадмия растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем водой до метки и перемешивают.

7.1.5 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации *c*(HCl) = 0,1 моль/дм^3

Раствор готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1.2).

Примечание — Допускается приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 из стандарт-титра (фиксанала) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

7.1.6 Приготовление аммонийного буфера pH 9,6—9,7

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют 20 см^3 концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 г/см^3) в 500 см^3 дистиллированной воды, перемешивают, добавляют 10 г трилона Б и 55 см^3 25 %-ного водного аммиака, доводят объем водой до метки, перемешивают и проверяют pH раствора.

Раствор хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 1 мес.

7.1.7 Приготовление стандартного раствора азотнокислого калия

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 растворяют 1,465 г азотнокислого калия в дистиллированной воде, доводят объем водой до метки и перемешивают.

5 см^3 полученного раствора пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Полученный раствор содержит в 1 см^3 73,25 мкг азотнокислого калия.

Раствор готовят в день проведения испытания.

7.1.8 Приготовление основного раствора азотистокислого натрия

Точно 1,010 г азотистокислого натрия растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Пример расчета — При использовании азотистокислого натрия марки х. ч., или ч. д. а. массу азотистокислого натрия X, в граммах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{100 \cdot 1}{99} = 1{,}0101, \quad (1)$$

где 99 — масса основного вещества в 100 г реактива.

При использовании азотистокислого натрия марки ч. масса основного вещества составляет 98,0 г в 100 г реактива.

7.1.9 Приготовление рабочего раствора азотистокислого натрия

25 см^3 основного раствора азотистокислого натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.1.10 Приготовление стандартных растворов азотистокислого натрия

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 2 см^3, 5 см^3 и 10 см^3 рабочего раствора азотистокислого натрия, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученные стандартные растворы содержат в 1 см^3 соответственно 1,0 мкг, 2,5 мкг и 5,0 мкг азотистокислого натрия.

Готовят три серии стандартных растворов, начиная каждый раз с приготовления основного раствора азотистокислого натрия.

Стандартные растворы азотистокислого натрия нестойки и их готовят непосредственно перед построением градуировочного графика.

7.2 Построение градуировочного графика

7.2.1 В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой по 10 см^3 стандартных растворов, содержащих 1,0 мкг, 2,5 мкг и 5,0 мкг азотистокислого натрия в 1 см^3 раствора.

Одновременно готовят контрольный раствор. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вместо стандартного раствора вносят 10 см^3 дистиллированной воды.

7.2.2 В каждую колбу добавляют по 50 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 раствора 1 для проведения цветной реакции, перемешивают и выдерживают 5 мин в темном месте при температуре (20 ± 2) °С. Затем добавляют по 2 см^3 раствора 2 для проведения цветной реакции, выдерживают 3 мин в темном месте при температуре (20 ± 2) °С, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

7.2.3 Через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов относительно контрольного раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при длине волны (540 ± 2) нм в стеклянной кювете с длиной рабочей грани 10 мм.

7.2.4 По полученным средним данным измерений из трех стандартных растворов строят градуировочный график. На оси абсцисс откладывают концентрацию азотистокислого натрия (мкг в 1 см^3 окрашенного раствора), на оси ординат — соответствующее значение оптической плотности (*D*). Градуировочный график должен проходить через начало координат.

Пример градуировочного графика приведен в приложении А.

7.3 Приготовление губчатого кадмия

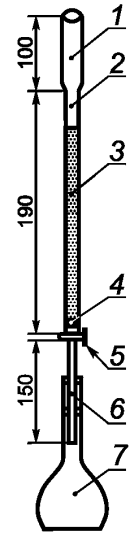
Гранулы цинка средней величины распределяют по дну кристаллизационной чашки и заливают раствором сернокислого кадмия массовой концентрации 37 г/дм^3. Через 3—4 ч осадок кадмия отделяют от цинка и помещают в стакан с дистиллированной водой, избегая соприкосновения с воздухом, и дважды промывают водой.

Осадок кадмия и 400 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 помещают в гомогенизатор и измельчают 10 с. Измельченный кадмий переносят в стакан и отмывают дистиллированной водой от пылевидных частиц. После этого его заливают 100—150 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и выдерживают в течение 12—15 ч, периодически перемешивая для удаления всех пузырьков газа из кадмия.

Кадмий необходимо хранить под слоем дистиллированной воды.

7.4 Подготовка редукционной колонки

7.4.1 Дно редукционной колонки (см. рисунок 1), имеющей поперечное сечение 7 мм, воронкообразное расширение диаметром 20 мм, пришлифованный край внизу и капилляр диаметром 3 мм покрывают тонким слоем стеклянной ваты, предварительно смоченной дистиллированной водой. Колонку заполняют дистиллированной водой и промытым губчатым кадмием на высоту 170 мм. Слой кадмия во время заполнения периодически перемешивают стальной проволокой, чтобы в колонке не осталось пузырьков воздуха. Скорость потока жидкости из колонки не должна превышать 3 см^3/мин.



1 — воронкообразное расширение; *2* — колонка диаметром 7 мм; *3* — кадмий; *4* — стеклянная вата; *5* — кран; *6* — капилляр; *7* — мерная колба вместимостью 100 см^3

Рисунок 1 — Редукционная колонка для определения нитратов

7.4.2 Перед использованием редукционную колонку промывают последовательно 25 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, 50 см^3 дистиллированной воды и 25 см^3 разбавленного 1:9 аммонийного буфера. Уровень жидкости всегда должен быть выше кадмия.

7.4.3 Проверку восстановительной способности редукционной колонки проводят согласно 8.3—8.6, используя вместо испытуемого обезбелоченного фильтрата стандартный раствор азотнокислого калия.

7.4.4 Если концентрация нитрита в растворе по градуировочному графику будет ниже 0,9 мкг нитрита в 1 см^3 (т. е. 90 %), то редукционную колонку нельзя использовать для анализа. Необходимо кадмий перенести в химический стакан и залить на 12—15 ч 0,1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты, промыть его водой и подготовить колонку по 7.4.1—7.4.3.

8 Проведение испытания

8.1 В мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают 10 г подготовленной пробы, взвешенной с точностью до третьего десятичного знака, добавляют последовательно 5 см^3 насыщенного раствора буры и 100 см^3 дистиллированной воды температурой (75 ± 2) °С.

Колбу с содержимым нагревают на кипящей водяной бане 15 мин, периодически встряхивая, затем охлаждают до (20 ± 2) °С и, тщательно перемешивая, последовательно добавляют 2 см^3 реактива Карреза 1 и 2 см^3 реактива Карреза 2, доводят объем дистиллированной водой до метки, перемешивают и выдерживают 30 мин при температуре (20 ± 2) °С. После этого содержимое колбы фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Параллельно проводят контрольный опыт, помещая в мерную колбу вместимостью 200 см^3 вместо анализируемой пробы 10 см^3 дистиллированной воды.

8.2 В полученном фильтрате определяют массовую долю нитрита натрия (X_1) по ГОСТ 8558.1 и массовую долю нитрата натрия (X_2).

8.3 Для определения содержания нитрата 20 см^3 фильтрата пипеткой наливают в резервуар редукционной колонки и сразу же добавляют 5 см^3 аммонийного буфера.

Вытекающий из колонки раствор собирают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, промывая колонку водой. Затем доводят уровень жидкости водой до метки и перемешивают.

8.4 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят не более 20 см^3 полученного из колонки раствора, добавляют 30-50 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 раствора 1 для проведения цветной реакции, перемешивают и выдерживают 5 мин в темном месте при температуре (20 ± 2) °С. Затем добавляют 2 см^3 раствора 2 для проведения цветной реакции, выдерживают 3 мин в темном месте при температуре (20 ± 2) °С, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

8.5 Измеряют оптическую плотность раствора относительно контрольного раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при длине волны (540 ± 2) нм в стеклянной кювете с длиной рабочей грани 10 мм.

8.6 По градуировочному графику находят концентрацию нитрита натрия в растворе пробы.

Примечание — Если оптическая плотность раствора превышает максимальное значение оптической плотности по градуировочному графику, то цветную реакцию проводят с меньшим количеством фильтрата.

9 Обработка результатов

9.1 Массовую долю нитратов X, %, вычисляют по формуле

$$X = \left(\frac{C \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 10^6 \cdot 20} - X_1 \right) \cdot \text{К}, \qquad (2)$$

где C — массовая концентрация нитрита натрия, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

200 — общий объем раствора пробы, см^3;

100 — объем раствора, полученный из редукционной колонки, см^3;

100 — объем раствора, полученный после проведения цветной реакции, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г;

V — объем фильтрата, отобранный для цветной реакции, см^3;

10^6 — коэффициент пересчета в г;

20 — объем фильтрата, внесенный в редукционную колонку, см^3;

X_1 — массовая доля нитрита в пробе, %;

К — коэффициент пересчета нитрита на нитрат:

К = 1,465 — для пересчета на нитрат калия;

К = 1,23 — для пересчета на нитрат натрия.

Вычисление проводят до пятого десятичного знака.

9.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до четвертого десятичного знака, если удовлетворяются условия повторяемости (сходимости).

10 Метрологические характеристики

10.1 Точность метода установлена межлабораторными испытаниями, выполненными в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2 и ГОСТ ИСО 5725-6.

Таблица 1

Наименование определяемого показателя	Диапазон измерений массовой доли нитратов, %	Показатели точности		
		Границы относительной погрешности ± δ, %	Предел повторяемости (сходимости) *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %
Массовая доля нитратов	От 0,00075 до 0,02000 включ.	15	10	25
	Св. 0,02 до 0,07 включ.	8	5	10

10.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

10.3 Расхождение между результатами двух параллельных измерений, выполненных одним оператором при испытании одной и той же пробы с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) *r*, значения которого приведены в таблице 1.

$$|x_1 - x_2| \le r, \quad (3)$$

где x_1 и x_2 — результаты двух параллельных измерений, %;

r — предел повторяемости, %.

10.4 Расхождение между результатами двух измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости *R*, значения которого приведены в таблице 1.

$$|X_1 - X_2| \le R, \quad (4)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух измерений, выполненных в разных лабораториях, %;

R — предел воспроизводимости, %.

10.5 Границы относительной погрешности результатов измерений (± δ) $P = 0,95$, при соблюдении условий настоящего стандарта, не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Контроль стабильности результатов измерений (повторяемости, промежуточной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории, по ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 6.2).

11.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (*r*). Значения *r* приведены в таблице 1.

11.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-2. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (*R*). Значения *R* приведены в таблице 1.

Приложение А
(справочное)

Градуировочный график для определения массовой доли нитрита

А.1 Пример градуировочного графика для определения массовой доли нитрита натрия приведен на рисунке А.1.

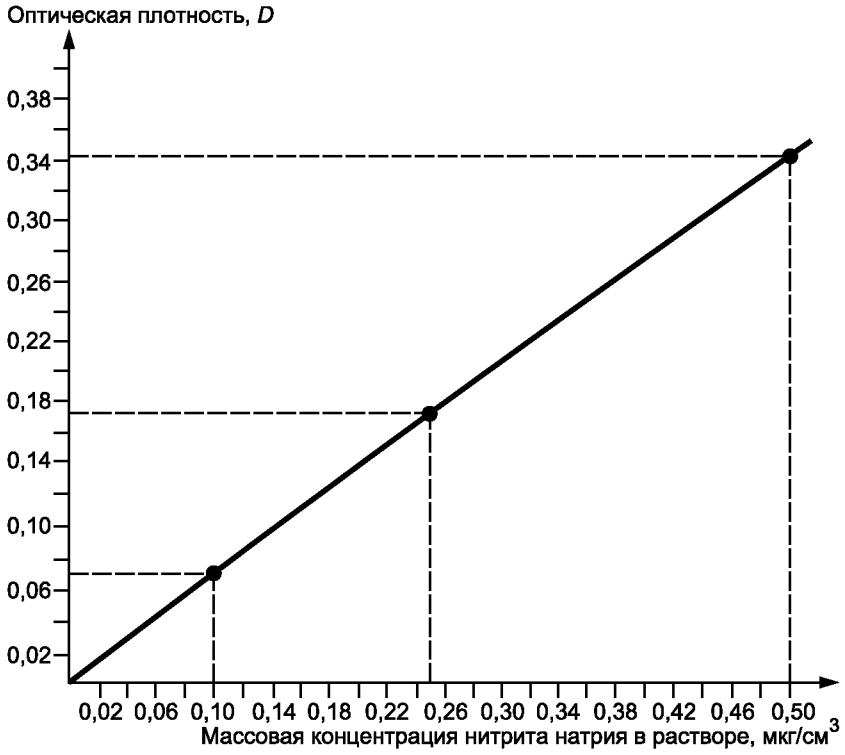


Рисунок А.1

УДК 637.5.07:006.354 МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясные продукты, мясосодержащие продукты, рассол, посолочные смеси, метод, определение, нитрат, нитрит

Редактор *М.В. Терехина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 22.02.2017. Подписано в печать 28.02.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,28. Тираж 57 экз. Зак. 385.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru